

VYUŽITÍ TERMICKÉ ANALÝZY PŘI VÝROBĚ ODSTŘEDIVĚ LITÝCH VÁLCŮ

T. VÁLEK¹, L. OUDA²

ABSTRACT: V příspěvku se zabýváme možnostmi využití termické analýzy k predikci množství vyloučeného grafitu v pracovní vrstvě válce. Definované množství vyloučeného grafitu je jednou z podmínek pro zajištění vysokých výkonů a dlouhé životnosti válců určených pro válcovací tratě. Metalurgický postup při tavení litiny je řízen termickou analýzou resp. rozbořem křivky ochlazování a křivky 1. derivace. Při výrobě takovéto litiny termická analýza zde nemá své místo jen v určování teplot likvidu a solidu.

1 ÚVOD

Z pohledu technologického se výroba odstředivě litých válců neobejde bez termické analýzy. Přesná znalost teplot likvidu a solidu je nutná pro kvalitní spojení dvou rozdílných litin, tak aby byly zajištěny výborné podmínky pro kvalitu vyrobeného válce. Ostatní parametry zjištěné termickou analýzou slouží ke stanovení metalurgické kvality vyráběné litiny, která významně ovlivňuje užité vlastnosti válce.

2 EXPERIMENT

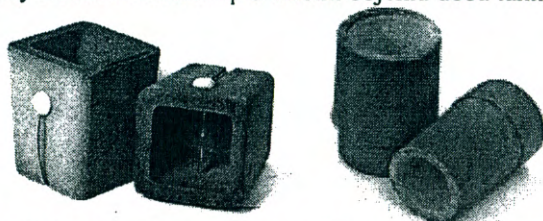
Metody termické analýzy ke stanovení metalurgických parametrů kovu je při výrobě odstředivě litých válců ve Vítkovických slévárnách, spol. s r.o. využíváno od okamžiku zakoupení licence od firmy Gontermann Peipers, tedy od roku 1989. Z počátku byly na analogových zapisovačích Siemens sledovány pouze hodnoty teplot TL, T_{emin} a rekalescence R obr.1. Přejít na kvalitativně náročnější materiály a snaha proces přípravy kovu v peci a v pánvi nejen sledovat, ale i cíleně řídit, nás přiměly v roce 2005 k úvahám o novém technickém vybavení. Byly testovány dva systémy vyhodnocování – systém ATAS švédské firmy Novacast [1] a systém MeltControl 2000 firmy Heraeus Electro-Nite. Systém Atas byl navržen nejen pro analýzu vzorků základního kovu, ale hlavně pro grafiticky ztuhlé litiny. Také u velké části našich materiálů (válce typu ICDP s neurčitou tvrzenou vrstvou) rozhoduje o výsledných tvrdostech a mechanických vlastnostech vedle chemického složení také precipitace grafitu z taveniny. Systém Atas sice dokáže tuto okolnost postihnout, ale jeho přednastavení je orientováno spíše na klasické litiny, kdežto v našem případě se chemické složení blíží klasickému materiálu Nihard. Protože pořízení kompletního programu je velmi nákladné, poskytuje firma Metos v.o.s jeho sdílení po internetu. Databáze křivek je však zpět dodávána pouze ve formátu obrázků a možnosti další práce s ní je velmi omezená. Proto jsme se počátkem roku 2006 rozhodli zakoupit systém MeltControl 2000, který, protože se jedná o plnohodnotný program, poskytuje mnohem větší možnosti vlastních invencí [2].

Systém MeltControl 2000 přijímá sériová data ze zařízení Quicl-Lab-E Win Process. Data jsou vyhodnocena a zapsána do databáze s datem a časem. Na základě dat TL a TS mohou být následně vypočítány parametry CEL, SC, %C, %Si (pro nelegované materiály také charakteristické mechanické hodnoty materiálu) [3]. Data databáze k jednotlivým vzorkům mohou být přímo transportována do programu Excel a zde následně podle potřeby matematicky i graficky

¹ Ing. Tomáš Válek - VÍTKOVICKÉ SLÉVÁRNY spol. s r.o., Halasova 2904/1, Ostrava

² Ing. Lubomír Ouda - VÍTKOVICKÉ SLÉVÁRNY spol. s r.o., Halasova 2904/1, Ostrava

vyhodnocována. Grafy křivek jsou zobrazeny živě s možností odečtu teplot a časů v jednotlivých bodech. Vedle křivek chladnutí jsou standardně zobrazovány i křivky první derivace. K vlastnímu měření teplot byly nejprve používány výhradně měřicí kelímky firmy Electro-Nite typu QC 4010 bez náteru s horizontálně umístěným termočlánkem. Protože prodlevy na křivkách chladnutí v oblasti eutektické přeměny nebyly vždy dostatečně výrazné doba tuhnutí cca 200 s, byla dána přednost kelímkům typu TecTip firmy Leeds & Northrup o větším objemu doba tuhnutí cca 300 s obr.1.

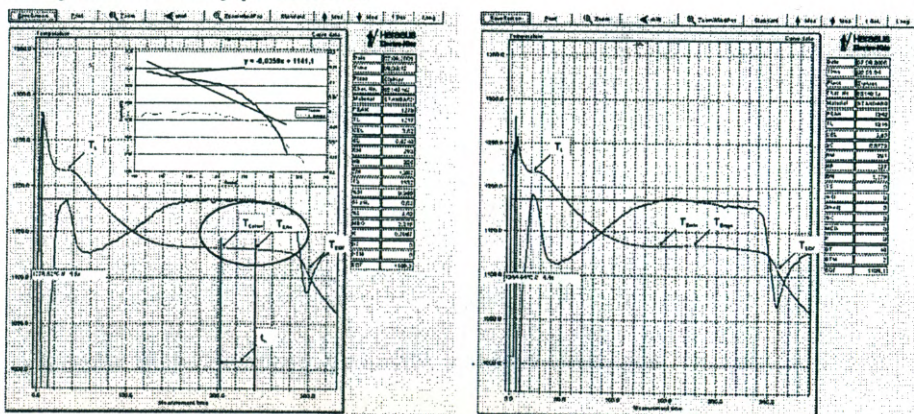


Obr.1. Používané kelímky QuicCup (vlevo) a TecTip.

Cílem měření bylo zjišťování hodnot T_L [°C], T_E [°C], sklonu křivky v oblasti eutektické prodlevy před inokulací hodnocenou dle směrnice přímky α obr.2. Hodnota α je vypočítávána v intervalu teplot T_{Estart} [°C], T_{Efin} [°C]. Tyto teploty jsou přesně definovány hodnotami 1. derivace viz níže. Po inokulaci byly opět zjišťovány hodnoty T_L [°C], T_E [°C] dále pak teploty T_{Emin} [°C] a T_{Emax} [°C] a hodnota rekalescence R [°C] (1) obr.2 vpravo. Po vychladnutí odlitku válece byl odebrán vzorek pro metalografický rozbor a vyhodnocení obsahu grafitu.

$$R = T_{E_{max}} - T_{E_{min}} \quad [^{\circ}\text{C}] \quad (1)$$

Stanovení úseku pro výpočet parametru α : počátek oblasti pro výpočet parametru sklonu křivky ochlazování v oblasti eutektické prodlevy α je tam, kde hodnota první derivace $y'=0$. Konec sledovaného úseku křivky je tam, kde pro 5 hodnot bude platit $y' < -0,100$. Proložení tohoto úseku křivky chladnutí přímkou, výpočtem rovnice lineární regrese [4], získáme rovnici ve tvaru $y = ax + b$. Koeficient a je námi hledaný parametr α .



Obr. 2. Vyznačené mezní hodnoty na záznam křivky chladnutí a její první derivace v programu MeltControl 2000. Vlevo před očkováním, vpravo po očkování.

Za vyhovující je přitom považován interval $-0,045 < \alpha < -0,020$. Pokud je hodnota α nižší, je nutno provést přiočkování, pokud přesáhne horní hranici, je jeho velikost regulována přísadkou FeCr. Po dezoxidaci v pánvi pomocí FeMn a CaMnSi a odebrání kontrolního vzorku by se měla na křivce chladnutí projevit rekalescence do maximální hodnoty $R=0,8$ °C. V takto připravených taveninách by měl obsah vyloučeného grafitu v odlitku nabývat hodnot 2-5 %. Tato metodika byla rozpracována na základě informací obsažených v technické pomoci, které poskytl nezávislý konzultant v oboru výroby odstředivě litých válců J. P. Bocquet.

3 VÝSLEDKY

Naměřené výsledky jsou podle množství a typu očkovačla rozdělené do dvou souborů A, B.

Soubor A: očkování 0,07 % Si z FeSi 75 a 0,07 % Si z ZL80. Souboru B: očkování 0,07 % Si z FeSi 75. Tyto soubory jsou dále rozděleny podle tloušťky pracovní vrstvy válce. Pracovní vrstva do 80 mm a nad 80 mm. Podle obsahu grafitu je každý zpracovaný soubor rozdělen do dvou kategorií. Množství grafitu (0;5)% a množství grafitu (5;9)%. Stanovení podílu volného grafitu ve struktuře bylo provedeno dle ASTM E 562 pomocí obrazového analyzátoru LECO IA 32, při zvětšení 50x tab. 3. Chemické složení sledované litiny je uvedeno v tab. 1 resp. tab. 2. Pro doplnění měření a pro podpoření teorie o parametru α , je tento parametr dán do závislosti s hodnotou rekalescence R. Hodnota R je dle autora [5] ukazatelem stavu kvality taveniny.

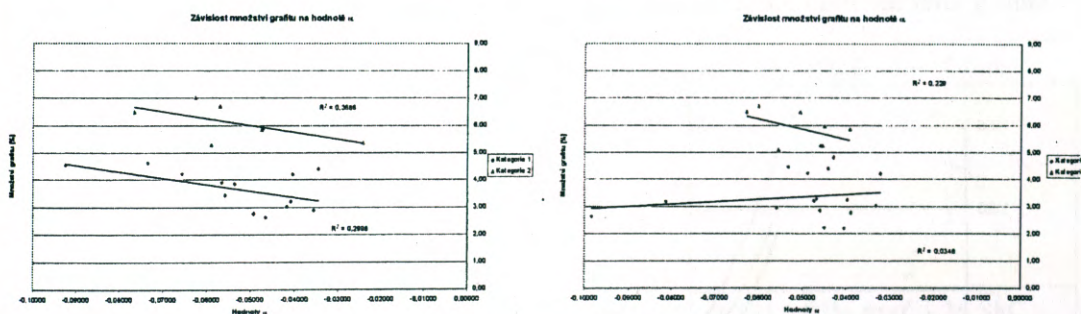
Tab. 1. Chemické složení materiálu ICDP, odběr z pánve po očkování 0,07% FeSi 75 + 0,07 % ZL80.

A	C [%]	Mn [%]	Si [%]	S [%]	P [%]	Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	Ti [%]
Min	3,28	0,87	0,96	0,030	0,014	1,76	4,31	0,35	0,037
Max	3,38	1,01	1,05	0,048	0,021	1,92	4,44	0,44	0,056

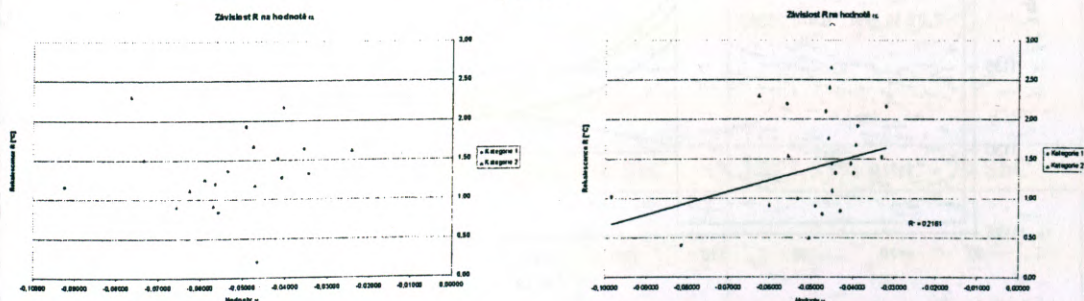
Tab. 2. Chemické složení materiálu ICPD, odběr z pánve po očkování 0,07% FeSi 75.

B	C [%]	Mn [%]	Si [%]	S [%]	P [%]	Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	Ti [%]
Min	3,25	0,90	0,93	0,028	0,013	1,75	4,30	0,34	0,030
Max	3,38	1,00	1,03	0,042	0,018	1,92	4,47	0,45	0,046

Soubor A: Bylo vyhodnoceno 45 vzorků. Grafické závislosti jsou na obr. 3,4.

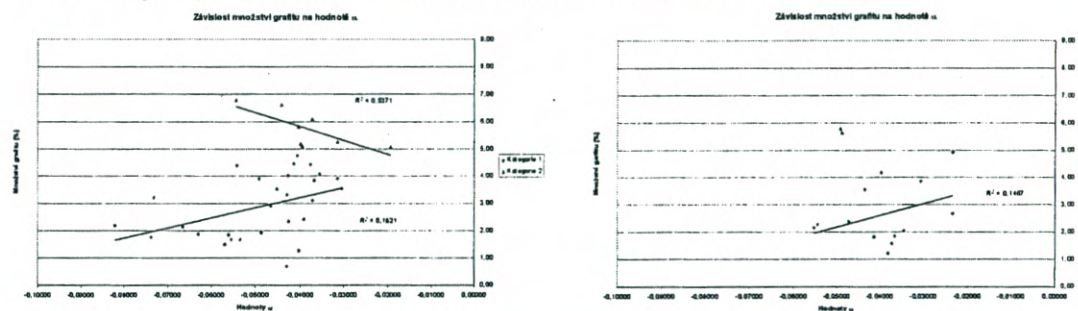


Obr. 3. Grafické závislosti množství grafitu na parametru α . Hodnoty pro tzv. „malé“ vlevo a tzv. „velké“.

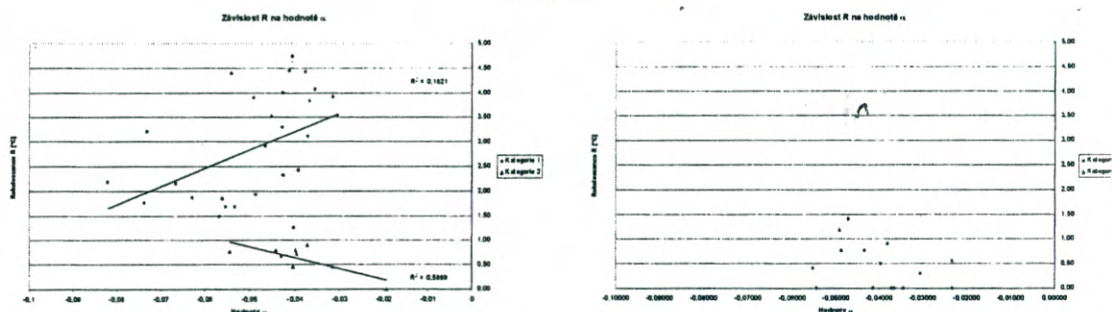


Obr. 4. Graf závislosti rekalescence R na parametru α . Hodnoty pro tzv. „malé“ vlevo a tzv. „velké“.

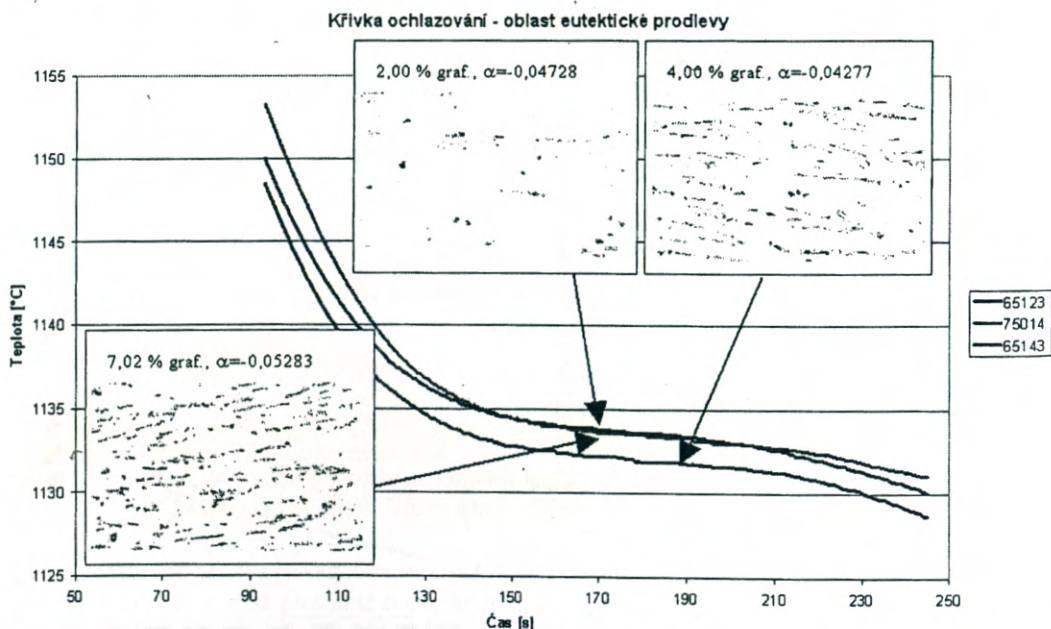
Soubor B: Bylo vyhodnoceno 51 vzorků. Grafické závislosti jsou na obr. 5,6.



Obr. 5. Grafické závislosti množství grafitu na parametru α . Hodnoty pro tzv. „malé“ vlevo a tzv. „velké“.



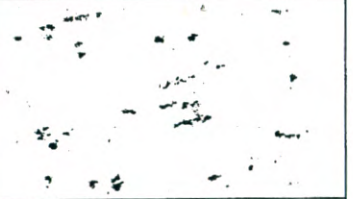









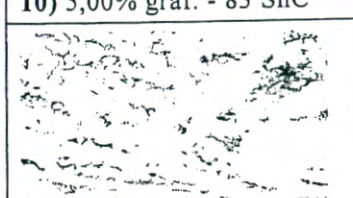
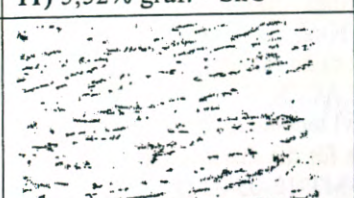
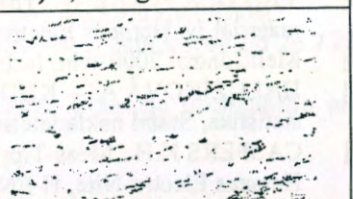
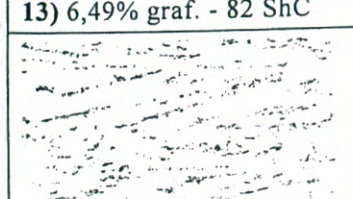
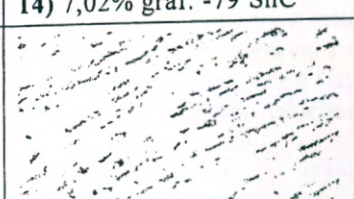
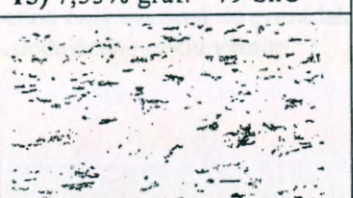


Obr. 6. Graf závislosti rekalescence a parametru α . Hodnoty pro tzv. „malé“ vlevo a tzv. „velké“.



Obr. 7. Zobrazení oblasti, výpočet parametru α , přiřazení množství grafitu k jednotlivým křivkám ochlazování.

Tab. 3. Struktury materiálu ICDP, zvětšení 50 x, seřazeno vzestupně dle obsahu grafitu. Doplňující údaj o tvrdosti materiálu [ShC]

		
1) 0,51% graf. - 80 ShC	2) 1,01% graf. - 83 ShC	3) 1,49% graf. - 76 ShC
		
4) 2,00% graf. - 79 ShC	5) 2,51% graf. - 80 ShC	6) 3,00% graf. - 79 ShC
		
7) 3,51% graf. - 82 ShC	8) 4,00% graf. - 81 ShC	9) 4,53% graf. - 79 ShC
		
10) 5,00% graf. - 83 ShC	11) 5,52% graf. - ShC	12) 6,07% graf. - 76 ShC
		
13) 6,49% graf. - 82 ShC	14) 7,02% graf. - 79 ShC	15) 7,53% graf. - 79 ShC
		
16) 8,07% graf. - 76 ShC	17) 8,23% graf. - 78 ShC	18) 8,95% graf. - 77 ShC

4 DISKUZE K VÝSLEDKŮ

Měření bylo prováděno na základě předaných zkušeností. Předem byl vypracován postup řízení metalurgického procesu tavení. V rámci provozních podmínek bylo provedeno 96 měření. Tato měření vykazují velmi nízké závislosti pro predikci obsahu grafitu v odlitku dle navrženého způsobu řízení metalurgického postupu pomocí termické analýzy. Po rozdělení naměřených dat dle množství grafitu, se jeví závislosti mezi parametrem α a množstvím grafitu významněji. Korelační koeficienty jsou :

Pro vzorky A	„malé“	grafit do 5 %	R=0,29
	„	grafit nad 5 %	R=0,36
	„velké“	grafit do 5 %	R=0,03
	„	grafit nad 5 %	R=0,23
Pro vzorky B	„malé“	grafit do 5 %	R=0,18
	„	grafit nad 5 %	R=0,53
	„velké“	grafit do 5 %	R=0,14
	„	grafit nad 5 %	R-nelze stanovit.

Ze získaných zkušeností vyplynulo, že pro spolehlivé řízení obsahu grafitu a tím výsledných tvrdostí na válcích ICDP je nutné vytvořit před konečným očkovaním litiny u všech taveb vždy stejné a reprodukovatelné podmínky. To znamená vycházet z určitých standardních velmi nízkých hodnot grafitizačního potenciálu. Zajistit vždy shodný vsázkový materiál, využití surového železa s tzv. bílým lomem. Grafitizační potenciál zvýšit až před konečnou úpravou litiny v peci definovanou hodnotou nauhličení (přispěje zároveň ke snížení obsahu O₂). Poté provést pomocí termické analýzy úpravu hodnoty α a následně zvolené přiočkování. Předpokládáme, a první výsledky to podporují, že za těchto podmínek bude možné udržet množství vyloučeného grafitu v rozmezí 1,5 až 4,5% a tím i zabezpečit úzké rozmezí požadovaných tvrdostí pracovní vrstvy válců a jejich stabilní výkony na trati.

5 LITERATURA

- [1] JOHN KROSAR : Výroba vysoce jakostních odlitků z litiny s lupínkovým grafitem pro automobilový průmysl bez použití surového železa, Slévárnictví 2-3/2006, str. 59-64.
- [2] VAN DER PERRE W.: Thermal Analysis Principles and Applications, 1995, technický materiál fy. Heraeus Electro-Nite, TA-2P-0595 E
- [3] MeltControl 2000-win, Instruction manual, Heraeus Electro-Nite GmbH & Co. KG
- [4] HALUZÍKOVÁ A. – KUDLÁČEK V. – ZÁSTĚRA B.: Numerické metody a matematická statistika, Státní nakladatelství technické literatury, Praha, 1979
- [5] CASPERS K.H.: Mess-Tipps für die thermische Analyse in Gießereien, technický materiál fy. Heraeus Electro-Nite, H-EN-MT-10-05-03 D